

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開
⑪ 公開特許公報 (A) 昭59—213628

⑫ Int. Cl.³ 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 昭和59年(1984)12月3日
C 01 G 53/00 7202—4G
C 04 B 35/30 6375—4G
H 01 F 1/34 7354—5E 発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 軟磁性材料

⑮ 特願 昭58—87047
⑯ 出願 昭58(1983)5月18日
⑰ 発明者 竹井晴彦
東京都港区新橋5丁目36番11号
富士電気化学株式会社内

⑱ 発明者 德増裕司
東京都港区新橋5丁目36番11号
富士電気化学株式会社内
⑲ 出願人 富士電気化学株式会社
東京都港区新橋5丁目36番11号
⑳ 代理人 弁理士 尾股行雄 外2名

明細書

1. 発明の名称

軟磁性材料

2. 特許請求の範囲

1. 45～64モル%の酸化第2鉄、10～50モル%の酸化ニッケル、40モル%以下の酸化亜鉛、0.1～7モル%の酸化リチウムよりなり、化学量論もしくはそれよりも酸化第2鉄が5モル%不足までの組成領域にあるスピネル型フェライト組成物に、酸化コバルトを0.01～1重量%添加することを特徴とする一樣かつ小さな温度係数を呈する軟磁性材料。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、リチウムを含有するニッケル-亜鉛系スピネル型フェライト組成物に関し、一様でかつ小さな温度係数を呈する軟磁性材料に関するものである。

一般にLCフィルタあるいはLC共振回路などでは、コンデンサのもつ負の温度特性とイン

ダクタンスのもつ正の温度特性とを均り合わせて、温度変化に対するフィルタ特性あるいは共振周波数を安定化させることが行なわれている。この温度補償をより安定なものとするためには、キャバイタンス及びインダクタンスの両者とも温度に対する特性変化が小さくかつ直線性の良好なものが要求される。

また、テレビジョン受像機、ラジオ受信機、その他アマチュア無線機器等の同調機構は、可変容量ダイオードの容量変化を利用してフェライトと組合せた電子同調回路が主流となっている。ところがこの可変容量ダイオードの容量は正の温度係数をもっているので、温度補償を行なうために透磁率が負の温度係数をもつフェライトコアが必要となる。

しかし、従来技術によれば、磁気特性が良好で、しかも一様かつ小さな温度係数のフェライト組成物として満足しうるものは未だ開発されていない。まして、商用温度範囲(-20～60℃の間)で一様に負の温度係数を呈するフ

エライト組成物は知られていない。

本発明の目的は、前記のような技術的課題を解決しうるよう一様かつ小さな温度係数の軟磁性材料を提供することにある。

以下、図面に基づき本発明について説明する。本発明は、45～64モル%の酸化第2鉄、10～50モル%の酸化ニッケル、40モル%以下の酸化亜鉛、0.1～7モル%の酸化リチウムよりなり、化学量論もしくはそれよりも酸化第2鉄が5モル%不足までの組成領域にあるスピネル型フェライト組成物に、酸化コバルトを0.01～1重量%添加することを特徴とする軟磁性材料である。

周知のフェライトとしては、ニッケルフェライト、マンガンフェライト、ニッケル-亜鉛フェライト、マンガン-亜鉛フェライト等があるが、これらに使用されているニッケル、マンガン、亜鉛等はいずれも2価の金属イオンである。それ故、化学量論の化学式は MFe_2O_4 もしくは $M_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ (但し、Mは2価の金属イオン)

となり、化学量論は $Fe_2O_3 = 50$ モル%の組成である。しかし、本発明で必須不可欠の成分として入っているリチウムは1価のイオンであるため、化学式は $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ となり、化学量論は $Li_2O = 16.67$ モル%、 $Fe_2O_3 = 83.3$ モル%のポイントとなる。本発明において酸化第2鉄45～64モル%でありながら、化学量論以下となっているのは、このような事情に起因している。さて、前記リチウムフェライトを $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ なる化学式で表わすと、ニッケルフェライト等と同様に考えることができ、

$\frac{1}{4}(Li_2O + Fe_2O_3) = Fe_2O_3 = 50$ モル%のポイントにおいて化学量論となる。このような考え方に基づき、 $NiO + \frac{1}{4}(Li_2O + Fe_2O_3)$ と ZnO と Fe_2O_3 の準三元図において本発明のベースとなるフェライトの基本組成範囲を示したのが第1図である。同図において、 $Fe_2O_3 = 50$ モル%のラインが化学量論になる。ただし、同図において注意すべきことは、図中の任意の1ポイントが組成を特定できないこと、また、

斜線領域は必要条件ではあるが充分条件ではない(Li_2O の量が規制されているので)ことである。例えば、 $Fe_2O_3 = 55.3$ モル%、 $ZnO = 21.3$ モル%、 $NiO = 20.2$ モル%、 $Li_2O = 3.2$ モル%で表わせる組成は第1図のAポイントであり、これは化学量論よりも Fe_2O_3 不足領域である。また、 $Fe_2O_3 = 60.0$ モル%、 $ZnO = 22.2$ モル%、 $NiO = 12.2$ モル%、 $Li_2O = 5.6$ モル%で表わされる組成もほぼAポイントである。 $Fe_2O_3 = 51.1$ モル%、 $ZnO = 21.3$ モル%、 $NiO = 24.4$ モル%、 $Li_2O = 3.2$ モル%で表わされる組成はBポイントである。

次に本発明で規定した組成範囲の報復について述べる。第2図は、第1図におけるAポイントとBポイントの組成およびAポイントの組成に酸化コバルト0.4重量%添加させた組成において、酸化リチウムを0～9モル%の範囲で変化させた試料について、酸化リチウム置換量に対する透磁率の相対温度係数 α_{μ_r} の関係を示す図である。試料は、以下の実施例においても

同様であるが、原料粉体を所定割合で混合し、800～1000℃で仮焼成を行ない、アルコールにて湿式粉碎し、その後、環状に成型し、1000～1150℃において1～3時間焼成することによって作成した外径25mm、内径15mm、厚さ5mmの環状磁心である。透磁率の相対温度係数 α_{μ_r} は、

$$\alpha_{\mu_r} = \frac{\mu_2 - \mu_1}{\mu_1} \cdot \frac{1}{T_2 - T_1}$$

ただし、 μ_1 は T_1 ℃における初透磁率

μ_2 は T_2 ℃における初透磁率

T_1 、 T_2 は温度

であり、-40～80℃の温度範囲での10℃毎の平均値である。同図から明らかのように、酸化リチウムでほんの僅か(0.1モル%以上)置換することによって急激に相対温度係数が減少し、更に酸化コバルトを添加することによって、リチウムの存在と相俟って更に温度係数が低下する。酸化リチウムは高価であるし、7モル%より多く添加しても逆に相対温度係数が大

きくなってしまうので意味がない。酸化リチウムの量を0.1~7モル%としたのは、このような理由による。しかし、なかでも酸化リチウムを0.3~2モル%の範囲とするのが好ましく、1モル%程度置換したときが最も効果が大きい。Aポイントの組成では、負の温度特性の材料も得ることができる。そして、酸化コバルトを添加することによって、負の温度特性を呈する領域を大幅に広げることができる。第3図に、酸化リチウムの置換量をパラメータとして酸化コバルト添加量に対する透磁率の相対温度係数をプロットした図を示す。酸化リチウム置換量が同一の場合、酸化コバルトの添加量が増大するほど透磁率の相対温度係数は低下する。0.1重量%以上の添加で明らかに相対温度係数の低下が生じる。しかし、酸化コバルトを入れすぎると(1.0重量%を超えて)温度特性の直線性が悪くなる。また、本発明においてリチウムがコバルトと一緒に存在していることが極めて重要である。もし、酸化リチウムが置換されていな

いと逆に酸化コバルトの添加に伴い相対温度係数が増大してしまうからである。

第4図は、第3図における酸化リチウム置換量、酸化コバルト添加量の異なる4種の試料の温度特性を示すものである。この第4図から明らかなように、温度特性の直線性は極めてよい。これは、酸化第2鉄が化学量論以下の組成領域にある場合の特徴で、他の回路素子と組合せて温度補償するとき、非常に使いやすい性質である。本発明において、酸化第2鉄の組成を化学量論もしくはそれ以下としたのはこのような理由による。逆に、酸化第2鉄が化学量論を超えた組成だと直線性が悪くなり、使用可能な温度範囲が非常に狭くなるからである。また、酸化第2鉄の組成を4.5モル%以上、化学量論よりも5モル%以下不足の領域としたのは、あまり少なくなると逆に透磁率の相対温度係数が増大してしまい実用にならないためである。第5図にその様子の一例を示す。ZnO=20モル%、Li₂O=3モル%において、Fe₂O₃の量(第1

図の横軸のFe₂O₃と同じもの)を4.9~4.0モル%まで(すなわち、化学量論に対して1モル%不足から10モル%不足まで)変化させた時の透磁率の相対温度係数が示されており、4.5モル%のBポイントをすぎると、急激に上昇することが判る。より望ましい酸化第2鉄の組成領域は、化学量論からそれより3モル%不足した範囲である。

酸化亜鉛の組成範囲は4.0モル%以下である。その下限は零であってもよいが、磁気特性向上させるためにも一定量含ませるのがよい。しかし、4.0モル%を超えると、透磁率が低下するため好ましくない。酸化ニッケルの組成範囲の1.0~5.0モル%は、前記の如き各成分の範囲によって必然的に定まるものである。

次に本発明の実施例について記す。各実施例で用いた試料は、原料粉体を第1表に示すような割合で配合し、800~1000°Cで仮焼成を行ない、アルコールにて湿式粉碎し、その後成型し1000~1150°Cにおいて1~3時間焼成するこ

とによって作成した外径2.5mm、内径1.5mm、厚さ5mmの環状磁心である。20°Cにおける初透磁率μ_i、1MHzにおけるtan δ/μ_i、透磁率の相対温度係数α_{μr}を測定した結果を組成とともに第1表に示す。

第1表

	実施例1	実施例2
組成(モル%)		
Fe ₂ O ₃	53.1	55.3
ZnO	20.8	5.3
NiO	24.0	36.2
Li ₂ O	2.1	3.2
添加物(重量%)		
CoO	0.5	0.6
特性		
μ _i	200	30
tan δ/μ _i	8.0×10 ⁻⁵	20×10 ⁻⁵
α _{μr}	-1.4×10 ⁻⁶	1.7×10 ⁻⁶

本発明は上記のように構成した軟磁性材料であるから、磁気特性が良好で、しかも一様かつ

小さな温度係数を呈し、温度特性の直線性が極めて良く、コンデンサや可変容量ダイオード等と組合せたとき、広い温度範囲にわたって良好な温度補償を行なえるなど、すぐれた効果を奏しうるものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の組成範囲を示す図、第2図は酸化リチウムの置換量、酸化コバルトの添加の有無と透磁率の相対温度係数の関係を示す図、第3図は酸化コバルトの添加量と透磁率の相対温度係数の関係を示す図、第4図は温度特性の例を示す図、第5図は酸化第2鉄磁の影響を示す図である。

特許出願人

富士電気化学株式会社

代理人

尾 股 行 雄

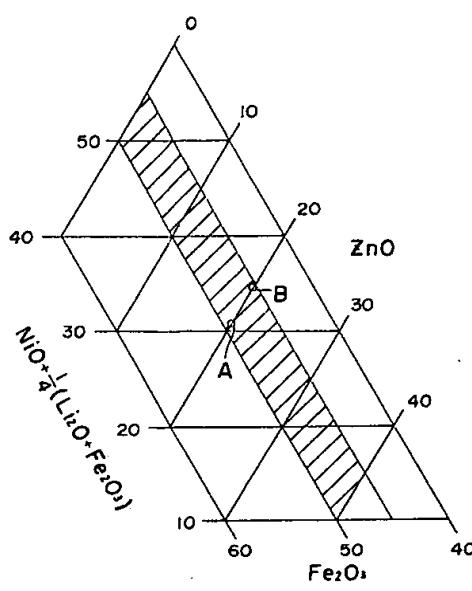
同

茂 見 稔

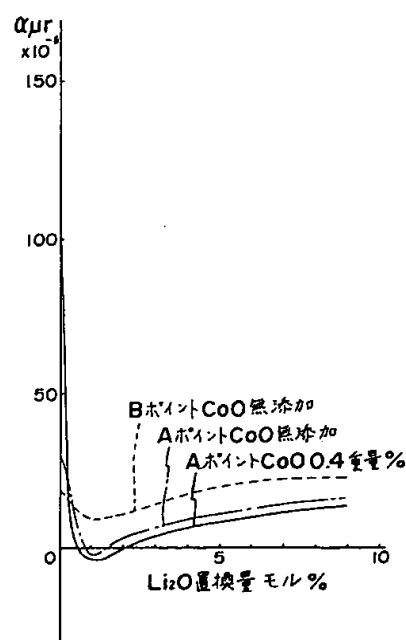
同

荒 木 友 之 助

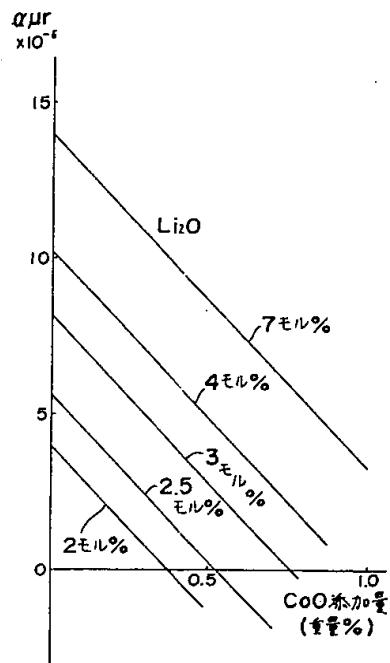
第1図



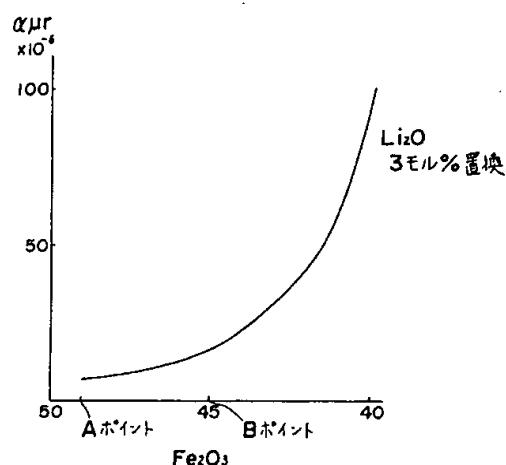
第2図



第3図



第5図



第4図

